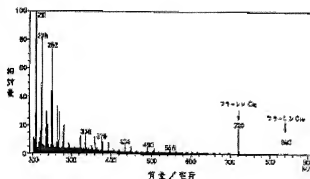


PRODUCTION OF CARBON CLUSTER C60**Publication number:** JP5186209**Publication date:** 1993-07-27**Inventor:** YOSHIDA YOSHITAKA**Applicant:** NIPPON KASEI CHEM**Classification:****- international:** C01B31/02; C01B31/00; (IPC1-7): B01D15/08; B01D53/36; C01B31/02**- european:** C01B31/02B; Y01N6/00**Application number:** JP19920005186 19920114**Priority number(s):** JP19920005186 19920114

Report a data error here

Abstract of JP5186209

PURPOSE:To obtain a carbon cluster C60 of improved purity by separating carbon cluster C60 through liquid column chromatography from a carbon cluster mixture obtained by extracting soot in an exhaust gas from an internal combustion engine with an aromatic hydrocarbon. **CONSTITUTION:**A fuel such as gasoline is burned in the cylinder of an internal combustion engine and soot is collected from the exhaust gas from an exhaust vent. The soot is then extracted with an aromatic hydrocarbon such as benzene using a Soxhlet extractor to obtain a carbon cluster mixture whose content is 0.1-5wt.% in the soot. On subjecting the mixture to mass spectroscopy, carbon cluster (hereafter, referred to as fullerene) C60 and fullerene C70 can be recognized at mass/charge of 720 and 840, respectively. The mixture is then developed with e.g. hexane using liquid column chromatography packed with neutral Al₂O₃ as absorbent to obtain a hexane solution of fullerene C60 followed by evaporating the hexane, thus obtaining the objective high-purity fullerene C60.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-186209

(43) 公開日 平成5年(1993)7月27日

| (51) Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F 1 | 技術表示箇所 |
|---------------------------|---------|---------|-----|--------|
| C 0 1 B 31/02 | 1 0 1 Z | 7003-4G | | |
| | Z A A | 7003-4G | | |
| B 0 1 D 15/08 | | 8014-4D | | |
| 53/36 | 1 0 4 | 9042-4D | | |

審査請求 未請求 請求項の数1(全 3 頁)

(21) 出願番号 特願平4-5186

(22) 出願日 平成4年(1992)1月14日

(71) 出願人 000230652
日本化成株式会社
福島県いわき市小名浜字高山34番地

(72) 発明者 吉田 喜孝
福島県いわき市中央台鹿島1-1-5

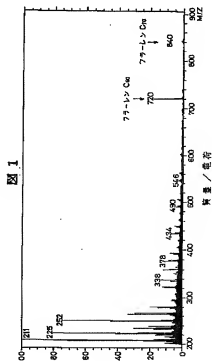
(74) 代理人 弁理士 川口 義雄 (外3名)

(54) 【発明の名称】 炭素クラスターC60の製造法

(57) 【要約】

【構成】 内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼させ排気ガスに含まれるススをベンゼンで抽出後、炭素クラスター（フラーレン）C₆₀を分離する。

【効果】 従来、廃棄されていたススから超電導素材として有用なフラーレンC₆₀を得ることができる。また内燃機関を利用するので特別な製造装置を必要とすることがなく、ススの連続的回収も可能である。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼させ排気ガスに含まれるススを芳香族炭化水素で抽出し、得られた炭素クラスター混合物より液体カラムクロマトグラフィーにより炭素クラスターC₆₀を分離することを特徴とする炭素クラスターC₆₀の製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼する際、排気ガスに含有されるススから炭素クラスターC₆₀を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 炭素クラスター（フラーレンとも言う）とは炭素原子からなる五員環12個と無限定数の六員環から構成される閉じた電状のクラスターの総称であり、五員環12個と六員環20個からなるクラスターは「フラーレンC₆₀」または「バグキンスターフラーレン」と呼ばれ、更に五員環12個と六員環25個からなるクラスターは「フラーレンC₇₀」と呼ばれている。

【0003】 フラーレンC₆₀は近年発見されたものであり、その二酸化窒素との高い反応性は触媒として注目され、またC₆₀にアルカリ金属合金をドープングすると高温超電導性を発現させるので超電導素材として有用であり、さらに固体C₆₀の半導体としての特性は種々のセンサー用の素材として使用される可能性がある。

【0004】 このような新材料としてのフラーレンC₆₀の製造は今迄主として超高純度黒鉛を原料としてレーザー加熱、抵抗加熱またはアーク放電による方法とベンゼン・酸素・アルゴン混合ガスを原料としパーナを用いた燃焼法の二通りが行われていた。しかし、これらはいずれも高価な原料と特殊な製造容器と特殊な燃焼装置を用いることが必要であった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明者は安価な原料と特殊な製造装置を必要とせずフラーレンC₆₀を製造する方法について鋭意検討を重ねた結果、内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼させる際に発生するスス内にフラーレンC₆₀が含有されていることを見出し、これからフラーレンC₆₀を製造することに成功した。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明の炭素クラスター（フラーレン）C₆₀の製造方法は内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼させ、排気ガスに含まれるススを芳香族炭化水素で抽出し、得られた炭素クラスター混合物より液体カラムクロマトグラフィーにより炭素クラスターC₆₀を分離することを特徴とする。

【0007】 本発明で使用する内燃機関は如何なるものであってもよいが、通常火花点火機関（ガソリン、石油、ガス機関）、もしくは圧縮点火機関（ディーゼル、性玉機関）が用いられる。用いる燃料も任意であるが

2

一般にガソリン、軽油、重油等が好ましく使用される。

【0008】 本発明ではこれらの燃料を前記内燃機関のシリンダー内で燃焼させ排気ガスに含まれるススから炭素クラスターを芳香族炭化水素例えばベンゼン、トルエン等によって抽出する。シリンダー内の燃焼は4サイクル機関であっても2サイクル機関であってもよいが2サイクル機関ではオイルが混合する場合がありますオイルを除去する必要があるので4サイクル機関の方が好ましい。

【0009】 シリンダー内の燃焼によりエンジン排気口から排出された排気ガス中に含まれたススを集めて芳香族炭化水素で抽出する。

【0010】 抽出は芳香族炭化水素の沸点で行うことが好ましく、連続抽出の可能なソックスレー抽出器を使用することが好ましい。一般にこの抽出によりスス中の炭素クラスター成分が分離される。一般に炭素クラスター成分はスス中約0.1～5%含まれる。得られた炭素クラスター成分は電子衝撃法による質量分析法の結果図1に示されるように質量/電荷が200～900の種々の炭素数の炭素クラスターの混合物である。フラーレンC₆₀は質量/電荷=60×12/1=720の位置にピークを生じフラーレンC₇₀は840の位置にピークを生じる。それらの相対的な割合は図1の相対量の大きさから知ることができる。

【0011】 この抽出物中の炭素クラスター混合物は更に通常の方法的に液体カラムクロマトグラフィーにより各成分に分離することによりフラーレンC₆₀を容易に純粋な状態で分離することができる。液体カラムクロマトグラフィーとしては吸着剤としてカラムに中性アルミナ（約300メッシュ）を充填しヘキサン等で展開することが一般的である。このカラムクロマトグラフィーによりフラーレンC₆₀は紫色のヘキサン溶液として得られ、ヘキサンを蒸発することにより純度99.9%以上のフラーレンC₆₀を得ることができる。

【0012】 本発明では装置として内燃機関のシリンダーを用いるため、連続的に長期間に燃焼を運転し発生したススをベンゼン等の抽出液に連続的に回収することにより、炭素クラスターを含むススの回収の連続化が可能となる。

【0013】 以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

【0014】

【実施例】

実施例1

内燃機関として三菱自動車（株）の4サイクル、2000ccのターボ・エンジンをを用いガソリンを1時間燃焼させエンジン排気口における排気ガス中より0.17gのススを得た。このススをベンゼンを用いてソックスレー抽出器で20分の周期で4時間抽出操作を行い、ベンゼンを蒸発させて0.0012gの茶褐色の固体を得た。この固体の一部

3

を1マイクロ・リットルのベンゼンに溶かし、質量分析装置(日本電子(株)製JMS-AX505B)を用い、70電子・ボルトのエネルギーの電子による衝撃イオン化法で陽イオン質量を分析した。図は質量/電荷が200 から900 までの領域での各々のイオンの相対存在量を示す。質量/電荷が720 と840 のピークはそれぞれフラレンC₆₀とC₇₀の1個イオンに対応する(炭素原子質量12×原子数60個=720, 12×70=840)。その存在比は1:0.07であった。

【0015】このような実験を数回繰返した後、抽出物を集めて液体カラムクロマトグラフィーによりフラレンC₆₀を分離した。液体カラムクロマトグラフィーとしては吸着剤としてカラムに中性アルミナ(約300メッシュ)を充填しヘキサンで展開した。フラレンC₆₀成分は紫色のヘキサン溶液として得られた。このヘキサンを蒸発することによりフラレンC₆₀が得られ、その量は全抽出物中約0.5%であった。またフラレンC₆₀の純度は質量分析の結果99.5%であった。

【0016】実施例2

内燃機関としてヤマハ(株)のパイク、4サイクル250ccのエンジンをを用いガソリンを10時間燃焼させエンジン排気口における排気ガス中より0.2gのススを得た。このススをを用い実施例1と同様の操作により0.0015gの茶

4

褐色の固体が得られた。この固体を実施例1と同様に質量分析を行い、図1と類似の結果を得た。C₆₀とC₇₀の存在比は1:0.1であった。

【0017】また、この実験を数回繰返し得られた抽出物を液体カラムクロマトグラフィーにより分離し、純度99.5%のフラレンC₆₀を得た。

【0018】

【発明の効果】本発明において、炭素クラスター(フラレン)C₆₀の製造原料は内燃機関のシリンダー内で燃料を燃焼させる際排気ガスに含まれるススである。このススは従来廃棄され、特別の用途のないものであるが、このススを利用して極めて高価かつ超電導素材等として有用な新素材であるフラレンC₆₀を得ることのできるのには工業的に大きな意義がある。

【0019】また内燃機関のシリンダーを製造装置とするため、特殊な製造装置や燃焼装置を必要とせず、更に連続的に内燃機関を運転しススを発生させることができ、ススの回収の連続化が可能なことも本発明の効果の一つである。

【図面の簡単な説明】

【図1】ススの抽出物の電子衝撃法による質量分析チャートを示す。

【図1】

